

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**PCT**  
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro  
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> : <b>G01N 1/10, 33/18</b></p>	<b>A1</b>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 97/21088</b></p> <p>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 12. Juni 1997 (12.06.97)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP96/05139</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 21. November 1996 (21.11.96)</p> <p>(30) Prioritätsdaten:                    195 44 851.0      1. December 1995 (01.12.95)    DE                    196 17 707.3      3. Mai 1996 (03.05.96)      DE</p> <p>(71)(72) Anmelder und Erfinder: SIEPMANN, Friedrich, Wilhelm [DE/DE]; Oberdorf 34, D-64823 Groß-Umstadt (DE).</p> <p>(74) Anwalt: KATSCHER, Helmut; Fröbelweg 1, D-64291 Darmstadt (DE).</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: BY, CA, CN, JP, KR, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p><b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></p>

(54) Title: DEVICE FOR ANALYZING FLUID SAMPLES

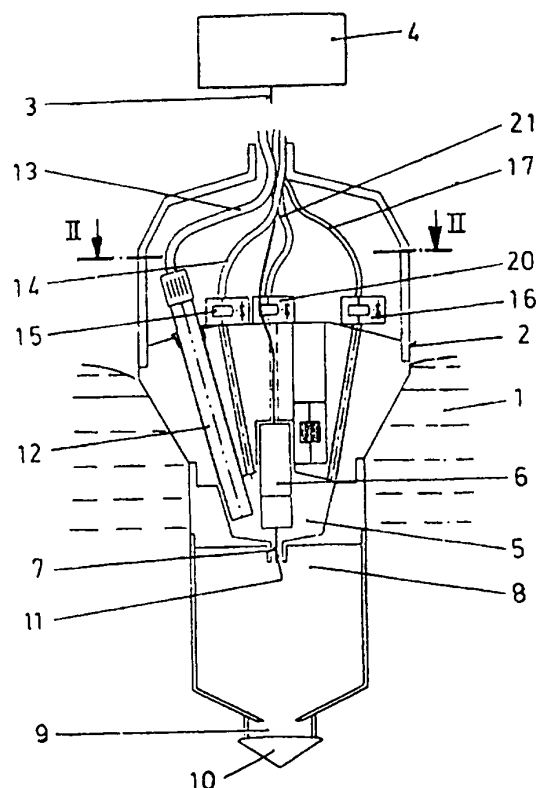
(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG ZUR UNTERSUCHUNG VON FLÜSSIGKEITSPROBEN

(57) Abstract

The invention relates to a device for analyzing fluid samples which has a measuring buoy (2) immersible in a quantity of fluid (1). A sample chamber (5) is arranged in the measuring buoy (2) and is connected to the outside of the measuring buoy (2) via a chamber opening (7). A settling chamber (8) is arranged below the chamber opening (7) and its bottom has an opening (9). The measuring buoy (2) is connected to a control and evaluation device (4) remote therefrom by way of pipes (3).

(57) Zusammenfassung

Eine Vorrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitsproben weist eine in die Flüssigkeitsmenge (1) eintauchbare Meßboje (2) auf. In der Meßboje (2) ist eine Probenkammer (5) angeordnet, die über eine Kammeröffnung (7) mit der Außenseite der Meßboje (2) in Verbindung steht. Unterhalb der Kammeröffnung (7) ist eine Absetzkammer (8) angeordnet, die eine Bodenöffnung (9) aufweist. Die Meßboje (2) ist über Leitungen (3) mit einer entfernt dazu angeordneten Steuer- und Auswerteeinrichtung (4) verbunden.



# **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM.	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Georgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LK	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
EE	Estland	MG	Madagaskar	UG	Uganda
ES	Spanien	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MN	Mongolei	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MR	Mauretanien	VN	Vietnam
GA	Gabon	MW	Malawi		

### Vorrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitsproben

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitsproben, mit einer Probenkammer, in der mindestens eine Untersuchungseinrichtung angeordnet ist, mit einer Steuer- und Auswerteeinrichtung, und mit einer Befüll- und Entleereinrichtung, durch die jeweils eine Flüssigkeitsprobe aus einer Flüssigkeitsmenge der Probenkammer zugeführt und aus dieser abgeführt wird.

Ein typisches Einsatzgebiet derartiger Untersuchungsvorrichtungen ist die Abwasseranalyse. Hierbei ist es erforderlich, eine Flüssigkeitsprobe aus dem Abwasser zu entnehmen und in der Probenkammer zu untersuchen, wobei oftmals ein Reagenz in der Probenkammer zugesetzt und eine Reaktion der Flüssigkeitsprobe durchgeführt und vermessen wird. Für Messungen innerhalb der Probenkammer werden üblicherweise gas- oder ionenselektive Sensoren, pH-Sensoren, photooptische Sensoren und andere Sensoren verwendet. Ein bei der Reaktion entstehendes gasförmiges Reaktionsprodukt kann einer hierfür vorgesehenen Meßeinheit zugeführt werden, beispielsweise einem CO<sub>2</sub>-Detektor.

Zum Befüllen der Probenkammer muß die Flüssigkeitsprobe aus der zur Verfügung stehenden Flüssigkeitsmenge, beispielsweise aus dem Abwasser, über eine Zufuhrleitung

- 2 -

und eine Pumpe in die im Gerät angeordnete Probenkammer gefördert werden. In umgekehrter Richtung erfolgt das Entleeren der Probenkammer ebenfalls über Flüssigkeitsleitungen.

Insbesondere bei der Untersuchung von Abwasserproben ist es unvermeidlich, daß die zum Befüllen und zum Entleeren der Probenkammer notwendigen Flüssigkeitsleitungen verschmutzen. Es besteht die Gefahr, daß sich diese Leitungen zusetzen, wenn keine regelmäßige Spülung erfolgt, die mit verhältnismäßig großem Aufwand verbunden ist.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, eine Vorrichtung der eingangs genannten Gattung so auszubilden, daß das Befüllen und Entleeren der Probenkammer in besonders einfacher Weise erfolgen kann, ohne daß die Gefahr eines Zusetzens von Flüssigkeitsleitungen besteht und ein erheblicher Spülaufwand erforderlich wird.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Probenkammer in einer in die Flüssigkeitsmenge eintauchbaren Meßboje angeordnet ist und über eine Kammeröffnung mit der Außenseite der Meßboje in Verbindung steht, daß mindestens eine Untersuchungseinrichtung in der Meßboje angeordnet ist, und daß die Befüll- und Entleereinrichtung eine Gaswechseleinrichtung aufweist, mit der ein die Flüssigkeitsprobe verdrängendes Gas in die Probenkammer eingeführt und daraus abgeführt wird.

Durch die Verlagerung der Probenkammer aus einem außerhalb der Flüssigkeit angeordneten Meßgerät in eine in die Flüssigkeitsmenge eintauchende Meßboje entfällt die Notwendigkeit von zur Verschmutzung neigenden Flüssigkeitsleitungen. Die innerhalb der zu untersuchenden Flüssigkeit angeordnete Probenkammer kann auf direktem

Wege befüllt und entleert werden, ohne daß hierfür irgendwelche Flüssigkeitsleitungen erforderlich wären.

Da zumindest der die Probenkammer enthaltende Abschnitt der Meßboje in die zu untersuchende Flüssigkeit eintaucht, reicht es zum Befüllen der Probenkammer aus, das in der Probenkammer enthaltene Gas abzuführen, d.h. im einfachsten Fall die Probenkammer zur Atmosphäre zu öffnen. Der hydrostatische Druck der die Meßboje umgebenden Flüssigkeit drückt die Flüssigkeitsprobe in die Probenkammer. Zum Entleeren der Probenkammer wird durch die Gaswechseleinrichtung Gas, beispielsweise Luft, unter Druck zugeführt, um die Flüssigkeitsprobe aus der Probenkammer herauszudrücken. Die Intensität der Gaszuführung kann dabei so gewählt werden, daß es zu einer turbulenten Verwirbelung der Flüssigkeitsprobe in der Probenkammer kommt, wodurch in sehr einfacher Weise eine wirksame Spülung und Reinigung der Probenkammer und der Kammeröffnung erfolgt. Dadurch ist eine Verstopfung der Kammeröffnung weitestgehend ausgeschlossen.

Die Steuer- und Auswerteeinrichtung kann entfernt von der Meßboje angeordnet und mit dieser über Leitungen verbunden sein. Über Leitungen, die die Meßboje mit der entfernt hierzu angeordneten Steuer- und Auswerteeinrichtung verbinden, werden - neben elektrischen Meßsignalen und ggf. elektrischen Steuerimpulsen oder elektrischer Antriebsenergie - allenfalls Reagenzen und/oder Gase transportiert. Der Transport dieser Stoffe ist im Vergleich zum Transport von Flüssigkeitsproben völlig problemlos und führt nicht zur Gefahr von Verunreinigungen oder Verstopfungen. Stattdessen kann die Steuer- und Auswerteeinrichtung auch in der Meßboje angeordnet sein.

Vorzugsweise ist in der Meßboje mindestens eine in die Probenkammer mündende Reagenz-Dosiereinrichtung angeordnet, die mit einer außerhalb der Meßboje

angeordneten Reagenzquelle über eine Schlauchleitung verbunden ist. Dadurch können in der Probenkammer auch solche Untersuchungen durchgeführt werden - die wie dies insbesondere bei der Abwasseruntersuchung häufig der Fall ist - eine chemische Reaktion der Flüssigkeitsprobe mit einem oder mehreren Reagenzen erforderlich machen. Für die Transportleitungen für die flüssigen oder gasförmigen Reagenzen besteht keine Verstopfungsgefahr; sie können deshalb auch über verhältnismäßig große Entfernungen zwischen der Meßboje und einer Versorgungseinheit geführt werden.

Bevorzugt weist die Gaswechseleinrichtung eine in der Meßboje angeordnete, an die Probenkammer angeschlossene Gaspumpe auf, die mit einer außerhalb der Meßboje angeordneten Gasquelle über eine Schlauchleitung verbunden sein kann. Eine solche Schlauchleitung unterliegt ebenfalls keiner Verstopfungsgefahr und kann deshalb problemlos über eine größere Entfernung verlegt werden.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß die Kammeröffnung der Probenkammer in eine darunter in der Meßboje angeordnete Absetzkammer mündet, die eine Bodenöffnung aufweist. Vor allem bei der Untersuchung des wässrigen Anteils von Belebtschlamm einer Kläranlage ist es notwendig, den Feststoffanteil vor der Untersuchung abzutrennen. Die der Probenkammer vorgeschaltete Absetzkammer dient dazu, die Flüssigkeitsprobe während einer Befüllpause aufzunehmen, so daß sich der Belebtschlammanteil im unteren Bereich der Absetzkammer absetzt bzw. konzentriert, bevor die auf diese Weise vorgereinigte Flüssigkeitsprobe in die Probenkammer eingelassen wird.

Um diesen zeitlichen Ablauf der Befüllung der Probenkammer zu steuern, ist vorzugsweise im Bereich der die Absetzkammer mit der Probenkammer verbindenden



Kammeröffnung ein Füllstandssensor angeordnet, der mit der Steuerung für die Gaswechseleinrichtung verbunden ist. Durch den Füllstandssensor wird festgestellt, wann die Absetzkammer gefüllt ist. In diesem Zustand wird der Befüllvorgang unterbrochen, damit sich der Schlammanteil in der Absetzkammer absetzen kann. Nach dieser vorgegebenen Zeitspanne wird der Befüllvorgang fortgesetzt.

Für die Untersuchung von Belebtschlamm, in dem ständig Gasblasen aufsteigen, hat es sich als zweckmäßig erwiesen, im Abstand unter der Bodenöffnung der Absetzkammer einen in der lotrechten Projektion allseitig über die Bodenöffnung hinausreichenden Abweiskörper anzuordnen. Dieser Abweiskörper verhindert, daß Gasblasen in die Absetzkammer und in die Probenkammer eintreten.

Gemäß einer anderen vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß die Probenkammer mit einer Gaszufuhrleitung für ein Reaktionsgas verbunden ist, daß die Kammeröffnung durch ein Ventil verschließbar ist und daß eine durch ein Ventil verschließbare Gasabfuhrleitung aus der Probenkammer zu einer entfernt von der Meßboje angeordneten Auswerteeinrichtung führt. Dadurch ist es möglich, die in der Probenkammer aufgenommene Flüssigkeitsprobe nach dem Verschließen der Kammeröffnung einer Reaktion mit dem Reaktionsgas zu unterwerfen und dieses Reaktionsgas danach aus der Meßboje heraus zu der entfernt angeordneten Auswerteeinrichtung zu leiten, um dort die erforderliche Analyse durchzuführen.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand weiterer Unteransprüche.

Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele der Erfindung näher erläutert, die in der Zeichnung dargestellt sind. Es zeigt:

Fig. 1 in einem senkrechten Schnitt eine Vorrichtung zur Bestimmung des  $\text{NH}_4$ -Gehalts von Abwasser,

Fig. 2 einen Schnitt längs der Linie II-II in Fig. 1, Fig. 3 und 4 in einer Darstellung entsprechend den Fig. 1 und 2 eine Vorrichtung zur Bestimmung des Nitrat- bzw. Phosphatgehalts einer Abwasserprobe,

Fig. 5 und 6 in Darstellungen entsprechend den Fig. 1 und 2 eine Vorrichtung zur Bestimmung des Nitratgehalts von Abwasser,

Fig. 7 und 8 in Darstellungen entsprechend den Fig. 1 und 2 eine Vorrichtung zur Bestimmung des TOC-Gehalts von Abwasser,

Fig. 9 in einem vereinfachten senkrechten Schnitt eine Vorrichtung zur Bestimmung des biologischen Sauerstoffbedarfs (BSB) einer Abwasserprobe,

Fig. 10 in einem vereinfachten senkrechten Schnitt eine andere Ausführungsform einer Vorrichtung zur Bestimmung des BSB einer Abwasserprobe und

Fig. 11 eine Vorrichtung zur Bestimmung des chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB) einer Abwasserprobe, ebenfalls in einem vereinfachten senkrechten Schnitt ähnlich den vorangehenden Figuren.

Die in den Fig. 1 und 2 dargestellte Vorrichtung zur Bestimmung des  $\text{NH}_4$ -Gehalts von Wasser weist eine in das zu untersuchende Abwasser 1 eintauchbare Meßboje 2 auf, die über nur schematisch angedeutete Leitungen 3 mit einer entfernt davon angeordneten Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 verbunden ist. In der Meßboje 2 ist eine Probenkammer 5 angeordnet, die die zu untersuchende

Abwasserprobe aufnimmt. In die Probenkammer 5 ragt ein Rührwerk 6. Die Probenkammer 5 weist am Boden eine Kammeröffnung 7 auf, durch die die Probenkammer 5 befüllt und entleert werden kann. Unterhalb der Kammeröffnung 7 ist in der Meßboje 2 eine Absetzkammer 8 angeordnet, deren Volumen größer als das der Probenkammer 5 ist. Die Absetzkammer 8 weist eine Bodenöffnung 9 auf, unter der ein Abweiskörper 10 im Abstand angeordnet ist. Der Abweiskörper 10 ragt in der lotrechten Projektion allseitig über die Bodenöffnung 9 hinaus und bewirkt, daß die bei einer Belebtschlammuntersuchung aufsteigenden Gasblasen nicht durch die Bodenöffnung 9 in die Absetzkammer 8 eintreten können. Im Bereich der die Absetzkammer 8 mit der Probenkammer 5 verbindenden Kammeröffnung 7 ist ein Füllstandssensor 11 angeordnet.

Bei dem in den Fig. 1 und 2 dargestellten Ausführungsbeispiel ragt in die Probenkammer 5 eine  $\text{NH}_3$ -Sonde 12, die über eine Leitung 13 mit der Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 verbunden ist. Eine Schlauchleitung 14 führt von einer außerhalb der Meßboje 2 angeordneten (nicht dargestellten) Reagenzquelle zu einem Magnetventil 15, das eine Reagenz-Dosiereinrichtung zur Zufuhr eines Reagenz in die Probenkammer 5 bildet. In entsprechender Weise dient eine mit einem Magnetventil 16 verschließbare Schlauchleitung 17 zur Zufuhr von Kalibrierstandard zur Probenkammer 5.

Eine ebenfalls in die Probenkammer 5 ragende pH-Sonde 18 dient zur Bestimmung des pH-Werts in der Flüssigkeitsprobe. Eine Luftleitung, in der ein Magnetventil 19 angeordnet ist, mündet ebenfalls in die Probenkammer 5.

Zur Untersuchung einer Abwasserprobe werden die Probenkammer 5 und die Absetzkammer 8 durch Zufuhr von Luft oder Gas durch Öffnen des Magnetventils 19 entleert. Nach Öffnen eines Magnetventils 20, das ebenfalls an die Probenkammer 5 angeschlossen ist, entweicht die in der Probenkammer 5 und der Absetzkammer 8 enthaltene Luft über eine Schlauchleitung 17, und die Absetzkammer 8 wird gefüllt, bis der Füllstandssensor 11 anspricht. Nach einer Absetzpause, in der sich der in der Flüssigkeitsprobe enthaltene Schlammanteil und ggf. weitere absetzbare Stoffe in der Absetzkammer 8 nach unten abgesetzt haben, erfolgt durch erneutes Öffnen des Magnetventils 16 die Befüllung der Probenkammer 5 unter der Wirkung des hydrostatischen Drucks des umgebenden Abwassers.

Sodann wird durch Öffnen des Magnetventils 15 Lauge in die Probenkammer 5 eingelassen, bis sich an der Sonde 18 ein pH-Wert von etwa 11 eingestellt hat. Bei einem pH-Wert von 11 liegt das gesamte  $\text{NH}_4$  nach ausreichender Durchmischung als  $\text{NH}_3$  vor und wird mit der  $\text{NH}_3$ -Sonde 12 vermessen und über einen Rechner in der Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 ausgewertet. Danach kann ein erneuter Meßzyklus in der beschriebenen Weise durchgeführt werden.

Zur Kalibrierung der Vorrichtung kann eine Standardleitung 17 über ein Magnetventil 16 an die Probenkammer 5 angeschlossen sein, um eine Standardflüssigkeit zuzuführen, so daß eine automatische Kalibrierung vorgenommen werden kann.

In ähnlicher Weise kann eine (nicht dargestellte)  $\text{NO}_3^-$ -Meßvorrichtung ausgeführt sein. Anstelle der beschriebenen  $\text{NH}_3$ -Sonde 12 ist dann eine  $\text{NO}_3^-$ -Sonde vorgesehen. Außerdem wird eine zusätzliche Leitfähigkeitssonde in der Probenkammer 5 angebracht.

Bei allen folgenden Ausführungsbeispielen sind gleiche Teile mit gleichen Bezugszeichen wie bei den Fig. 1 und 2 bezeichnet.

Die Fig. 3 und 4 zeigen als Ausführungsbeispiel der Erfindung eine Vorrichtung zur Bestimmung des Nitrat-Phosphatgehalts von Abwasser. An der Probenkammer 5 ist eine optische Meßzelle 22 angeordnet, die ein Signal an die Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 liefert, wenn in der Flüssigkeitsprobe ein Farbumschlag auftritt, der durch die dosierte Zufuhr von Reagenz durch die Schlauchleitung 14 und das Magnetventil 15 auftritt.

Die Fig. 5 und 6 zeigen eine Vorrichtung zur Bestimmung des Nitratgehalts von Abwasser mittels eines optischen Meßgeräts 23, das in der Meßboje 2 angeordnet ist. Ein Lichtwellensender 24 wirft einen Lichtstrahl auf einen Reflektor 25 in der Probenkammer 5, der von dort reflektiert wird und auf einen Lichtwellenempfänger 26 trifft. Die elektrische Antriebsenergie für die optische Einrichtung 23 und die Signalübermittlung zur Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 erfolgt über elektrische Leitungen 27. Als Gaswechseleinrichtung zum Befüllen und Entleeren der Probenkammer 5 und der Absetzkammer 8 dient ein Kompressor 28, der über ein Magnetventil 29 an die Probenkammer 5 angeschlossen ist. Nach dem Entleeren der Probenkammer 5 kann eine Referenzmessung durchgeführt werden, um die durch Verschmutzungen am Lichtwellensender 24, am Reflektor 25 und/oder am Lichtwellenempfänger 26 auftretenden Signalveränderungen zu kompensieren.

Das in den Fig. 7 und 8 gezeigte Ausführungsbeispiel der Erfindung stellt eine Vorrichtung zur Untersuchung des oxidierbaren Kohlenstoffgehalts (TOC-Gehalt) von Abwasser dar. Die Meßsonde 2 wird auch hierbei in das Abwasser 1 eingetaucht. In die Probenkammer 5 ragt eine pH-Sonde 30.

Eine mit einem Magnetventil 31 verschließbare Gaszufuhrleitung 32 mündet am Boden der Probenkammer 5 unter einer Fritte 33, um Reaktionsgas ( $O_3$ ) in die Probenkammer 5 zu leiten. Um zu verhindern, daß das in die Probenkammer 5 eingebrachte Reaktionsgas die Probenkammer 5 entleert, ist im Bereich der Kammeröffnung 7 ein Ventil 34 angeordnet, das geschlossen wird, wenn Reaktionsgas der Probenkammer 5 zugeführt wird.

Ein in die Probenkammer 5 ragender Füllstandssensor 35 gibt ein Signal, wenn die Probenkammer 5 vollständig gefüllt ist. Über Magnetventile 36 bzw. 37 können Säure bzw. Lauge der Probenkammer 5 zugeführt werden. Nach der Reaktion mit der in der Probenkammer 5 enthaltenen Abwasserprobe gelangt das Reaktionsgas über ein Magnetventil 38 und eine Gasabfuhrleitung 39 zu einer entfernt von der Meßboje 2 in der Steuer- und Auswerteeinrichtung 4 angeordneten Auswerteeinrichtung. Die dort durchgeführte Analyse des austretenden Reaktionsgases liefert einen Meßwert für den TOC-Gehalt des untersuchten Abwassers.

In Fig. 7 ist im unteren Bereich der Meßboje 2 eine Absetzkammer 8 mit strichpunktierten Linien nur angedeutet. Damit soll dargestellt werden, daß auf eine solche Absetzkammer 8 verzichtet werden kann. Insbesondere bei der TOC-Bestimmung kann es erforderlich sein, auf das Absetzen von Feststoffanteilen in dem zu untersuchenden Abwasser zu verzichten, wenn diese Feststoffanteile bei der Bestimmung des TOC-Gehalts berücksichtigt werden müssen.

Die in Fig. 9 gezeigte Vorrichtung dient zur Bestimmung des biologischen Sauerstoffbedarfs (BSB) von Abwasser. Die Vorrichtung ist als eine in das Abwasser absenkbare Meßboje 2 ausgeführt. In der Probenkammer 5 ist ein antriebbarer Rotor 40 angeordnet, der durch einen Motor 41 zu Drehungen um die senkrechte Achse 42 angetrieben wird. Die Außenfläche 43 des Rotors 40 bildet eine biologische Aufwuchsfläche. Zwischen der Außenfläche 43 des Rotors 40 und der Wand 5a der Probenkammer 5 besteht nur ein schmaler Spalt 44, der die Reaktionskammer bildet.

Die Probenkammer 5 steht über die im Boden angeordnete Kammeröffnung 9 unmittelbar mit der umgebenden Flüssigkeit in Verbindung. Die Probenkammer 5 ist von einer Belüftungskammer 45 umgeben, die zum Belüften und Temperieren des verwendeten Verdünnungswassers dient. Zu diesem Zweck ragen ein Belüfter 46, der mit einem Zuluftventile 47 verbunden ist, und einer Heizung 48 in die Belüftungskammer 45. Die Belüftungskammer 45 mündet über eine Überlauföffnung 49 in die Probenkammer 5. Über eine Zufuhreinrichtung 50, die als Pumpe oder als Ventil ausgeführt sein kann, wird der Belüftungskammer 45 durch eine Leitung 51 Verdünnungswasser zugeführt.

Nach Beendigung einer vorangegangenen Messung wird das temperierte Verdünnungswasser in der Belüftungskammer 45 belüftet. Die Luft verläßt die Meßboje 2 dabei über die Überlauföffnung 49, den oberen Bereich der Probenkammer 5 und über ein Luftauslaßventil 52.

Nach ausreichender Belüftung wird das Zuluftventil 47 geschlossen und das Ventil 50 für den Wasserzulauf geöffnet. Sobald durch einen Kontaktgeber ein ausreichender Füllstand festgestellt wird, wird das Luftauslaßventil 52 geschlossen.

- 12 -

Das temperierte, belüftete Verdünnungswasser verdrängt jetzt das Abwassergemisch der vorangegangenen Messung in der Probenkammer 5, das durch die Kammeröffnung 9 austritt. Nach Austausch des Abwassergemischs in der Probenkammer 5 durch Verdünnungswasser beginnt einer erneute Messung. Durch eine Dosierpumpe 53 wird dann Abwasser in die Probenkammer 5 gesaugt. Eine Sauerstoffsonde 54 dient zur Bestimmung des Sauerstoffverbrauchs pro Zeiteinheit und damit zur Bestimmung des BSB.

Durch die Verwendung des Rotors 40 als Träger der biologischen Aufwuchsfläche wird erreicht, daß diese Aufwuchsfläche in innige Berührung mit der gesamten, in der Probenkammer 5 enthaltenen Probe gelangt. Als besonders vorteilhaft ist dabei anzusehen, daß das Volumen der Probenkammer 5 sehr gering ist.

Die in Fig. 10 gezeigte Vorrichtung zur Bestimmung des BSB unterscheidet sich von der vorher beschriebenen Vorrichtung im wesentlichen dadurch, daß sie ohne Verdünnungswasser arbeitet. Auch hierbei ist ein durch den Motor 41 antreibbarer Rotor 40 in der Probenkammer 5 angeordnet. Seine Außenfläche 43 bildet die biologische Aufwuchsfläche. Die Kammeröffnung 9 am Boden der Probenkammer 5 mündet in eine Belüftungskammer 55, die die Probenkammer 5 am Umfang und am Boden umgibt. Diese Belüftungskammer 55 weist am Boden eine Durchtrittsöffnung 56 für das Abwasser auf. Der Rotor 40 ist mit einem in die Belüftungskammer 55 ragenden Belüfter 57 verbunden. Eine mit einem Zuluftventil 58 verbundene Leitung mündet in die Probenkammer 5. Im übrigen sind gleiche Teile wie beim Beispiel nach Fig. 9 mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Die Probenkammer 5, die die Reaktionskammer bildet, und die Belüftungskammer 55 werden durch über das Ventil 58 einströmende Luft entleert. Dann wird Abwasser durch den hydrostatischen Druck des umgebenden Abwassers durch die



Durchtrittsöffnung 56 in die Belüftungskammer 55 gedrückt, dort belüftet und temperiert. Das belüftete Abwasser wird sodann in die Probenkammer 5 durch die Kammeröffnung 9 gedrückt. Mittels der Sauerstoffsonde 54 wird die Sauerstoffzehrung pro Einheit gemessen und in den biologischen Sauerstoffbedarf (BSB) umgerechnet.

Fig. 11 zeigt eine als eintauchbare Meßboje ausgeführte Vorrichtung zur Bestimmung des chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB). In die Probenkammer 5 mündet eine durch ein Ventil 58 verschließbare Leitung für die Zufuhr von Luft oder Ozon. Über ein Reagenzventil 59 können Reagenzien zugeführt werden. In die Probenkammer 5 ragt eine pH-Sonde 60. Durch ein Auslaßventil 61 können Luft oder Ozon aus der Probenkammer 5 abgelassen werden. Eine Ozonmeßsonde 62 dient der Bestimmung des Ozongehalts. Die Kammeröffnung 9 der Probenkammer 5 ist durch ein Ventil 63 verschließbar.

Bei geöffnetem Einlaßventil 58 und geöffnetem Auslaßventil 61 wird die Probenkammer 5 gefüllt. Der pH-Wert wird auf einem vorgegebenen Wert im Bereich von 3 bis 5 eingestellt.

Das in der Probenkammer 5 enthaltene Abwasser wird mit Ozon begast. Nach ausreichender Begasung wird der (nicht dargestellte) Ozongenerator abgeschaltet und durch das als Dreiwegeventil ausgeführte Einlaßventil 58 wird nach Umschalten nur Luft oder Sauerstoff in einer vorgegebenen Menge auf die Wasseroberfläche gedrückt. Bei offenem Ventil 63 ist die Ozonzehrung pro Zeiteinheit, die an der Kammeröffnung 9 gemessen wird, ein Maß für den CSB. Nach der Entleerung beginnt die Messung erneut.

## Vorrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitsproben

### P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Vorrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitsproben, mit einer Probenkammer (5), in der mindestens eine Untersuchungseinrichtung angeordnet ist, mit einer Steuer- und Auswerteeinrichtung (4) und mit einer Befüll- und Entleereinrichtung, durch die jeweils eine Flüssigkeitsprobe aus einer Flüssigkeitsmenge der Probenkammer (5) zugeführt und aus dieser abgeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenkammer (5) in einer in die Flüssigkeitsmenge (1) eintauchbaren Meßboje (2) angeordnet ist und über eine Kammeröffnung (7) mit der Außenseite der Meßboje (2) in Verbindung steht, daß mindestens eine Untersuchungseinrichtung in der Meßboje (2) angeordnet ist, und daß die Befüll- und Entleereinrichtung eine Gaswechseleinrichtung aufweist, mit der ein die Flüssigkeitsprobe verdrängendes Gas in die Probenkammer (5) eingeführt und daraus abgeführt wird.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuer und Auswerteeinrichtung (4) entfernt von der Meßboje (2) angeordnet und mit dieser über Leitungen (3) verbunden ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuer- und Auswerteeinrichtung (4) in der Meßboje angeordnet ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Meßboje (2) mindestens eine in die Probenkammer (5) mündende Reagenz-Dosiereinrichtung (15) angeordnet ist, die mit einer außerhalb der Meßboje (2) angeordneten Reagenzquelle über eine Schlauchleitung (14) verbunden ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, die Gaswechseleinrichtung eine in der Meßboje (2) angeordnete, an die Probenkammer (5) angeschlossene Gaspumpe (28) aufweist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammeröffnung (7) in eine darunter in der Meßboje (2) angeordnete Absetzkammer (8) mündet, die eine Bodenöffnung (9) aufweist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß im Bereich der die Absetzkammer (8) mit der Probenkammer (5) verbindenden Kammeröffnung (7) ein Füllstandssensor (11) angeordnet ist, der mit der Steuerung für die Gaswechseleinrichtung verbunden ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß im Abstand unter der Bodenöffnung (9) ein in der lotrechten Projektion allseitig über die Bodenöffnung (9) hinausreichender Abweiskörper (10) angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenkammer (5) mit einer Gaszufuhrleitung (32) für ein Reaktionsgas verbunden ist, daß die Kammeröffnung (7) durch ein Ventil (34) verschließbar ist, und daß eine durch ein Ventil (38) verschließbare Gasabfuhrleitung (39) aus der Probenkammer (5) zu einer entfernt von der Meßboje (2) angeordneten Auswerteeinrichtung führt.

10. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Probenkammer (5) ein antreibbarer Rotor (40) angeordnet ist, dessen Außenfläche (43) eine biologische Aufwuchsfläche bildet.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Außenfläche des Rotors (40) und der Wand (5a) der Probenkammer (5) ein schmaler Spalt (44) besteht.

12. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenkammer (5) über die Kammeröffnung (9) unmittelbar mit der umgebenden Flüssigkeit in Verbindung steht und von einer Belüftungskammer (45) für Verdünnungswasser umgeben ist, die über eine Überlauföffnung (49) in die Probenkammer (5) mündet.

13. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammeröffnung (9) der Probenkammer (5) in eine Belüftungskammer (55) mündet, die eine Durchtrittsöffnung (56) für das Abwasser aufweist.

14. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammeröffnung (9) der Probenkammer (5) durch ein Ventil (63) verschließbar ist.

1/6

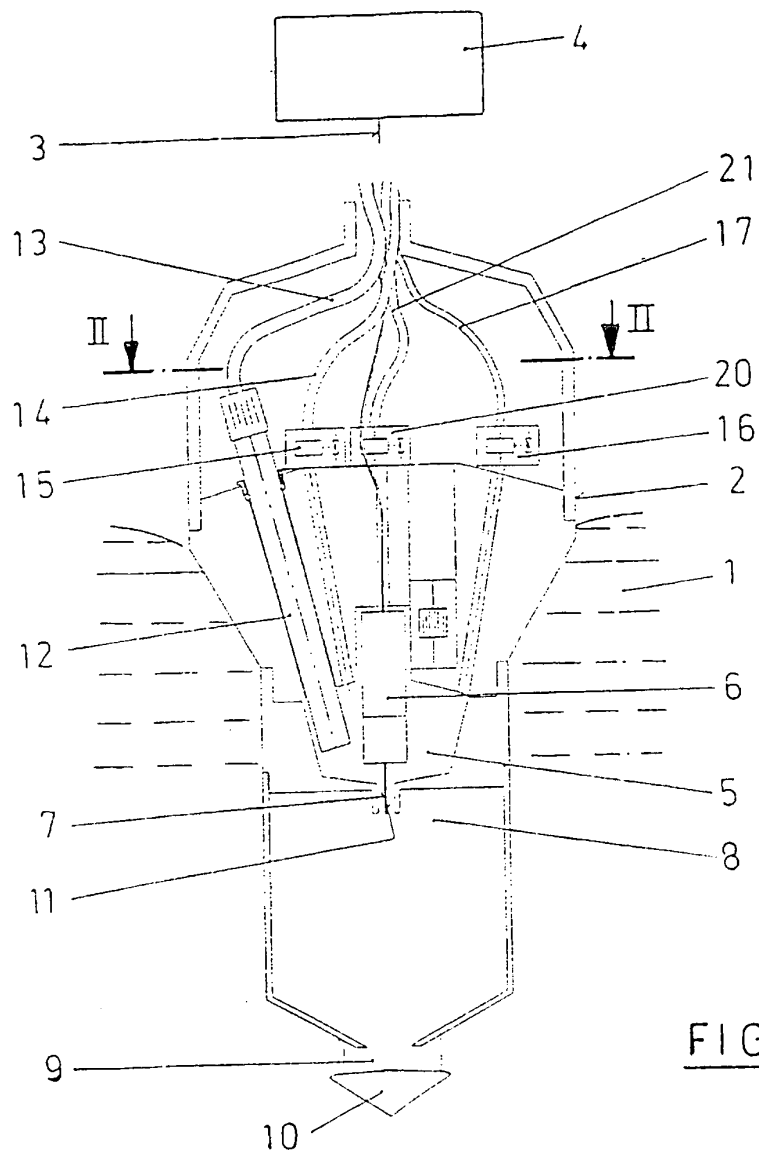


FIG. 1

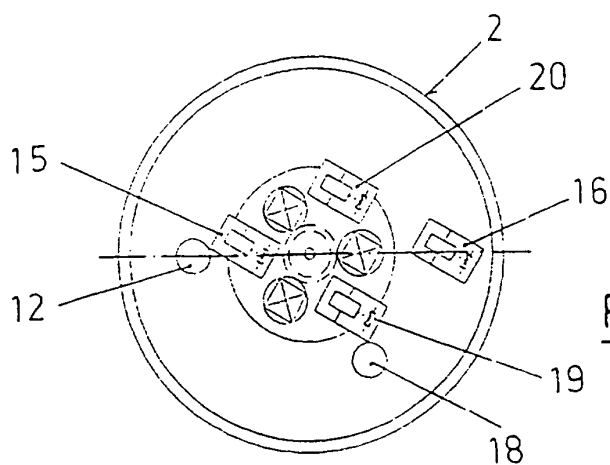


FIG. 2

2/6

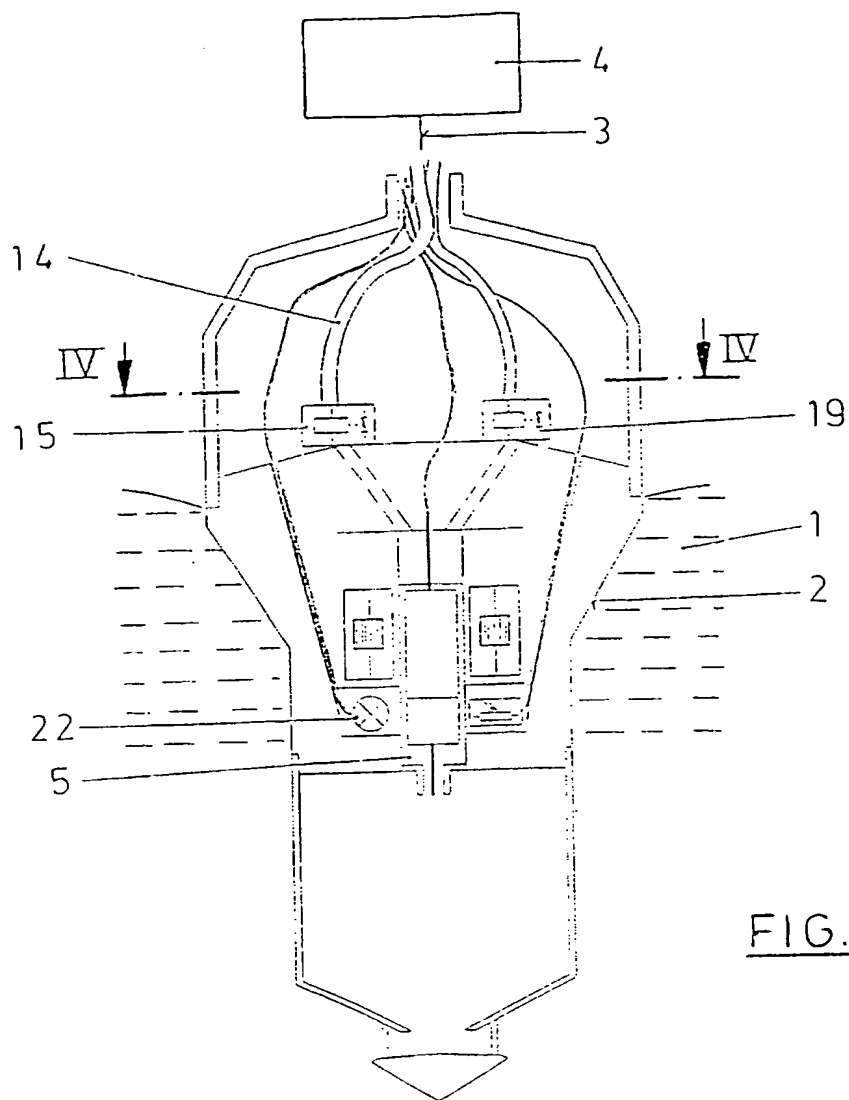


FIG. 3

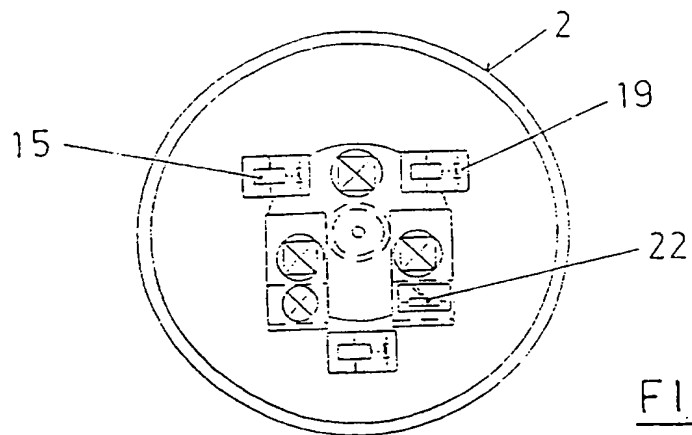


FIG. 4

3/6

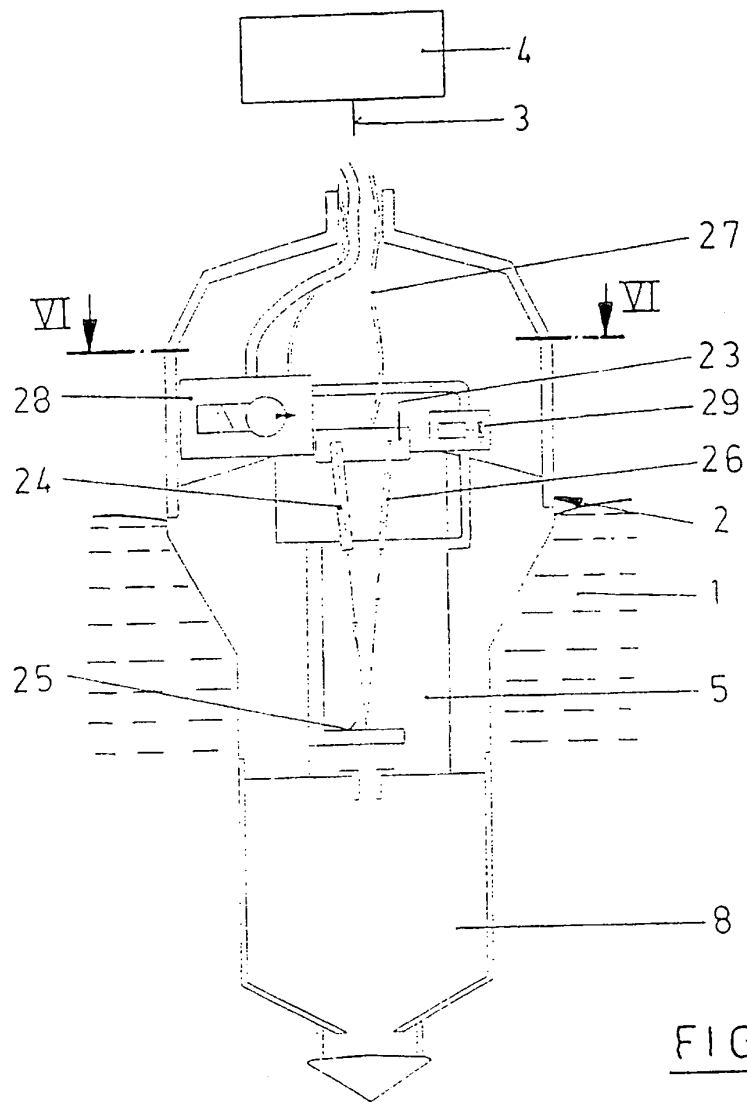


FIG. 5

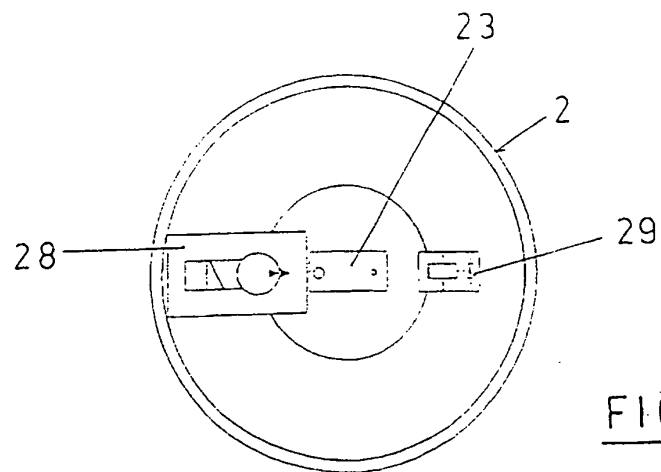
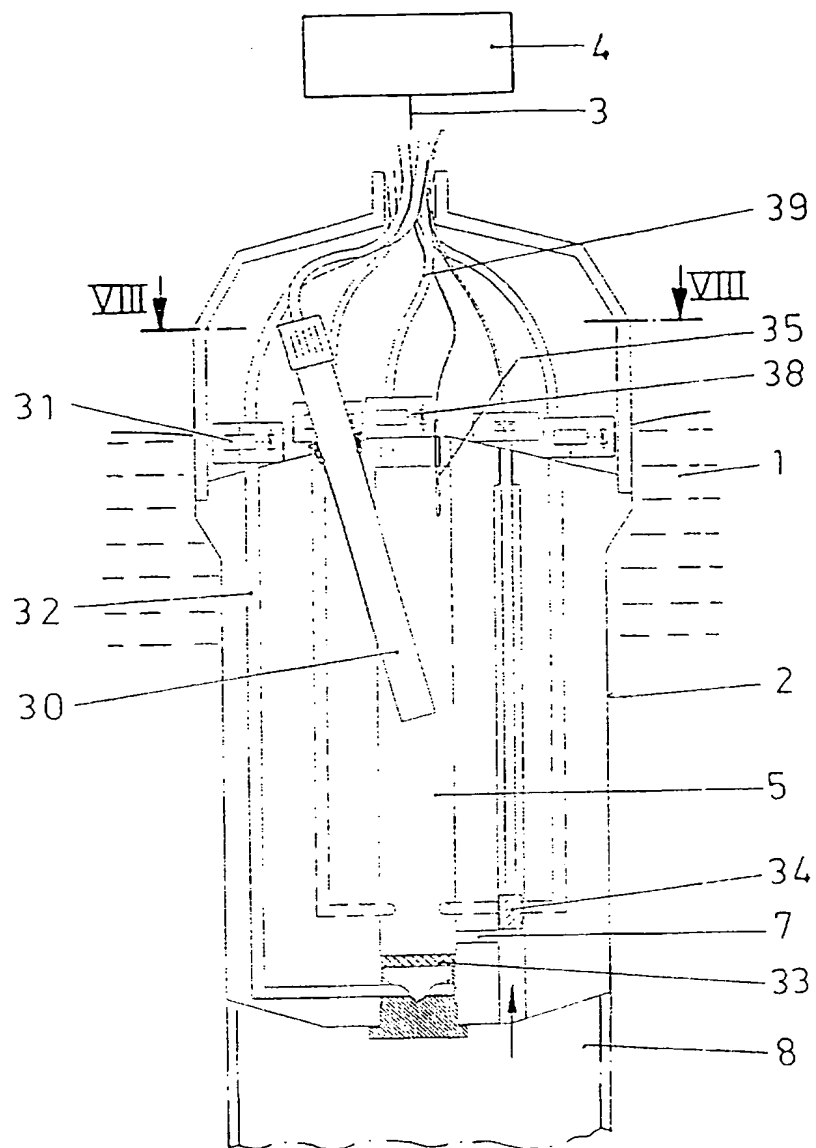
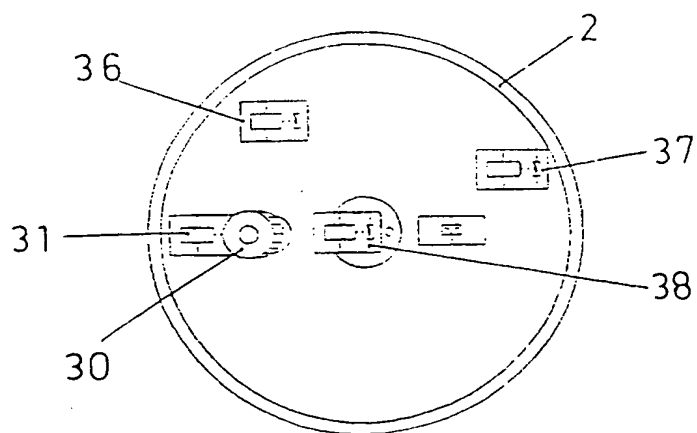
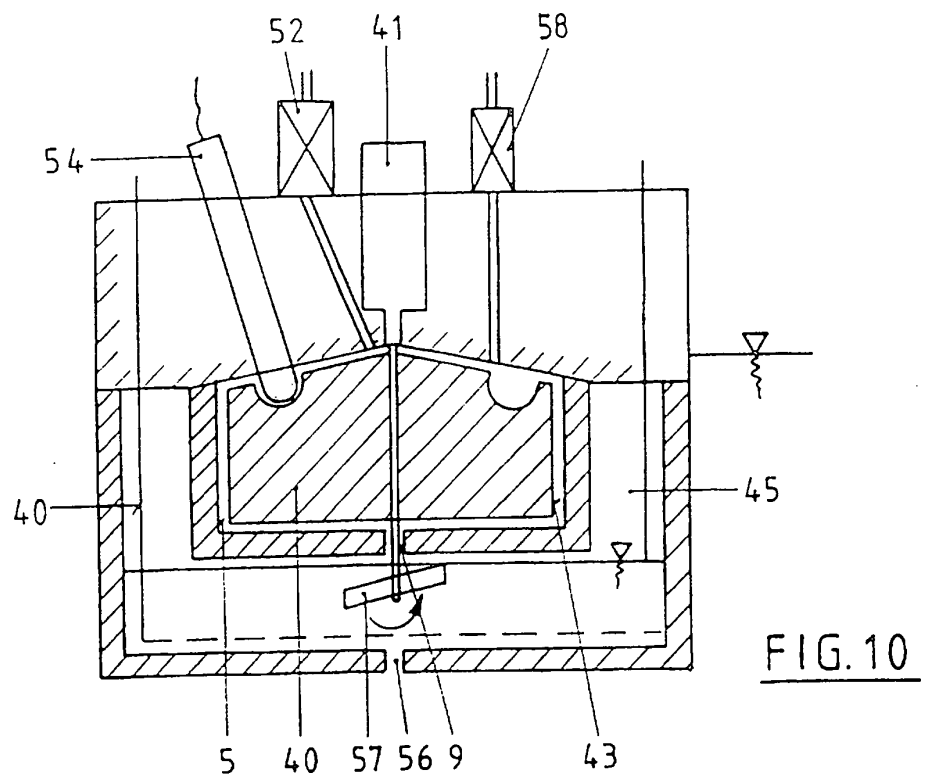
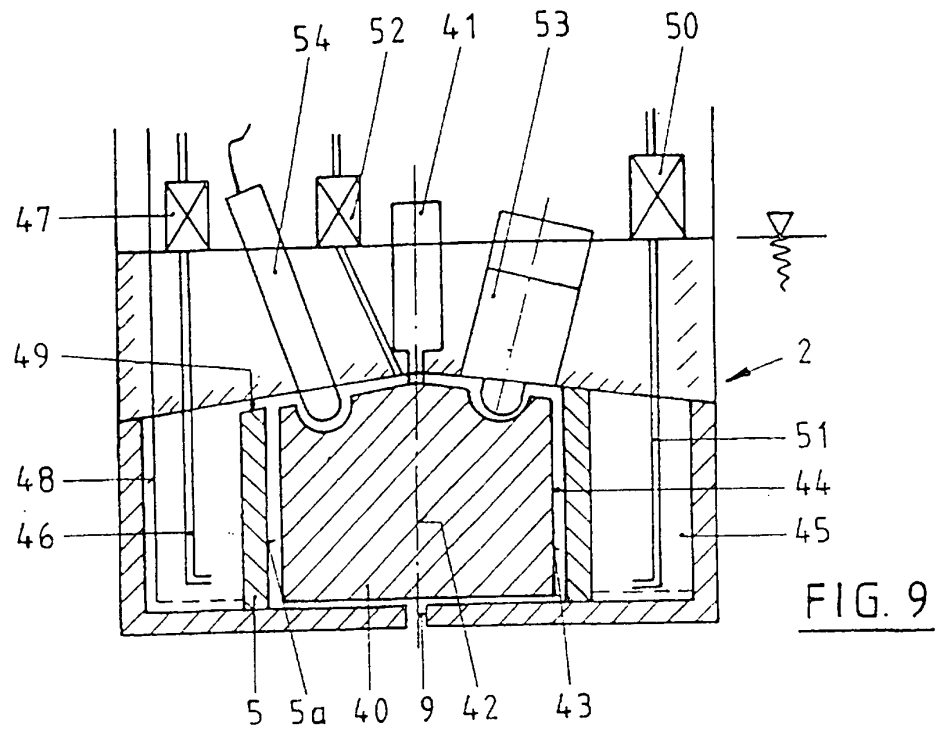


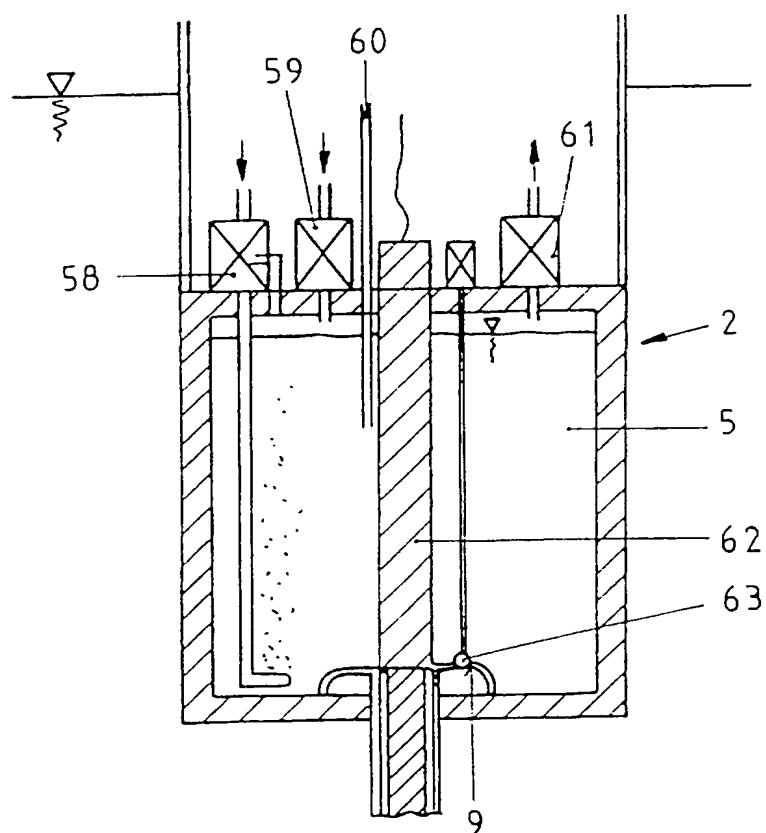
FIG. 6

4/6

FIG. 7FIG. 8





FIG. 11

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Application No  
PCT/EP 96/05139

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 G01N1/10 G01N33/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 089 209 A (GRANA DAVID C ET AL) 16 May 1978 see column 4, line 1 - column 7, line 39; figures	1,3,7,14
A	WO 91 05234 A (JONES RICHARD W) 18 April 1991 see page 7 - page 11; figures	1,5,7
A	DE 24 04 871 A (ERNO RAUMFAHRTTECHNIK GMBH) 14 August 1975 see page 7 - page 8	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- \* "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \* "E" earlier document but published on or after the international filing date
- \* "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \* "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \* "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \* "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \* "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \* "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \* "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

5 March 1997

Date of mailing of the international search report

14. 03. 97

Name and mailing address of the ISA  
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hodson, M

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 96/05139

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4089209 A	16-05-78	NONE	
WO 9105234 A	18-04-91	DE 4091713 T	14-05-92
		DE 4091714 T	14-05-92
		WO 9104939 A	18-04-91
		GB 2237795 A	15-05-91
		GB 2238039 A	22-05-91
		JP 4506331 T	05-11-92
		US 5197340 A	30-03-93
DE 2404871 A	14-08-75	FR 2259743 A	29-08-75
		NL 7411485 A	05-08-75
		SE 7413721 A	04-08-75

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int. : onales Aktenzeichen  
PCT/EP 96/05139

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 6 G01N1/10 G01N33/18

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 6 G01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 089 209 A (GRANA DAVID C ET AL) 16.Mai 1978 siehe Spalte 4, Zeile 1 - Spalte 7, Zeile 39; Abbildungen ---	1,3,7,14
A	WO 91 05234 A (JONES RICHARD W) 18.April 1991 siehe Seite 7 - Seite 11; Abbildungen ---	1,5,7
A	DE 24 04 871 A (ERNO RAUMFAHRTTECHNIK GMBH) 14.August 1975 siehe Seite 7 - Seite 8 -----	1

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*A\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

5.März 1997

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

14.03.97

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (-31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hodson, M

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

In. Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 96/05139

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4089209 A	16-05-78	KEINE	
WO 9105234 A	18-04-91	DE 4091713 T	14-05-92
		DE 4091714 T	14-05-92
		WO 9104939 A	18-04-91
		GB 2237795 A	15-05-91
		GB 2238039 A	22-05-91
		JP 4506331 T	05-11-92
		US 5197340 A	30-03-93
DE 2404871 A	14-08-75	FR 2259743 A	29-08-75
		NL 7411485 A	05-08-75
		SE 7413721 A	04-08-75